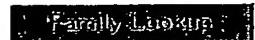


 Include in patent order

## MicroPatent® Worldwide PatSearch: Record 1 of 1

[no drawing available]



JP2002129063

### LOW-MAGNETIC BLACK PIGMENT POWDER, ITS PRODUCTION METHOD AND ITS USE TITAN KOGYO KK

Inventor(s): ;UENISHI TOSHIAKI ;YAMAZAKI TAKANORI ;TSUJINO SEIJI  
Application No. 2000332589 , Filed 20001031 , Published 20020509

#### Abstract:

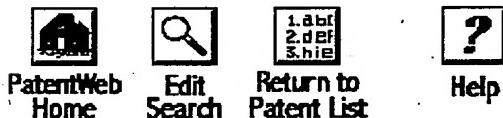
**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a production method for a low magnetic black pigment powder, displaying such as blackness as a magnetite and having no sintering and agglomeration of particles.

**SOLUTION:** The low magnetic black pigment powder is a mixed-phase crystalline, having a rutile-type TiO<sub>2</sub> phase as a base, wherein the base is characterized by a particle structure covered with Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> phase, and having a peak of Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> with the rutile-type TiO<sub>2</sub> as a main peak in X-ray diffraction. A toner composition, a paint composition, a resin composition, a cosmetic and the like are produced by using the low magnetic black pigment powder.

Int'l Class: C09C00136 A61K00700 A61K00702 C01G02304 C01G04900 C08K00902 C08L10100  
C09C00306 C09D00712 C09D20100 G03G009083 G03G00909

MicroPatent Reference Number: 002276179

COPYRIGHT: (C) 2002 JPO



---

For further information, please contact:  
[Technical Support](#) | [Billing](#) | [Sales](#) | [General Information](#)

**BEST AVAILABLE COPY**

【物件名】

参考資料1～参考資料5の写し

【添付書類】

参考資料1

60 186

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-129063

(P 2002-129063 A)

(43)公開日 平成14年5月9日(2002.5.9)

(51) Int. Cl.  
 C09C 1/36  
 A61K 7/00  
 7/02  
 C01G 23/04  
 49/00

識別記号

F I  
 C09C 1/36  
 A61K 7/00  
 7/02  
 C01G 23/04  
 49/00

テーマコード (参考)  
 2H005  
 B 4C0B3  
 N 4G002  
 B 4G047  
 A 4J002

審査請求 未請求 請求項の数12 O.L (全7頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-332589(P 2000-332589)

(71)出願人 000109255

チタシ工業株式会社

山口県宇部市大字小串1978番地の25

(22)出願日 平成12年10月31日(2000.10.31)

(72)発明者 上西 利明

山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ  
シ工業株式会社内

(72)発明者 山崎 貴規

山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ  
シ工業株式会社内

(74)代理人 100089705

弁理士 杉本 一夫 (外4名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】低磁性黒色顔料粉末及びその製造方法並びにその用途

(57)【要約】

【課題】マグネタイトと同等の黒色度を示し、粒子の  
焼結あるいは合一化のない低磁性黒色顔料粉末を提供す  
る。

【解決手段】本発明に関わる低磁性黒色顔料粉末は、  
ルチル型TiO<sub>2</sub>相を基体とし、該基体がFe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>  
相で被覆された粒子構造を特徴とし、X線回折において  
ルチル型TiO<sub>2</sub>をメインピークとして、Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>  
のピークを含む混合相結晶である。これを使用してトナ  
ー組成物、塗料組成物、樹脂組成物、化粧料等を製造す  
る。

( 2 )

特開2002-129063

2

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ルチル型TiO<sub>2</sub>相を基体とし、該基体がFe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>相で被覆された粒子構造を特徴とする低磁性黒色顔料粉末。

【請求項2】 X線回折においてルチル型TiO<sub>2</sub>をメインピークとして、Fe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>のピークを含む混合相結晶であることを特徴とする請求項1記載の低磁性黒色顔料粉末。

【請求項3】 粒径が0.1～0.4μm、磁化値が0.5～10.0emu/gであることを特徴とする請求項1又は2に記載の低磁性黒色顔料粉末。 10

【請求項4】 上記Fe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>相の上に、ケイ素、アルミニウム、チタニウム、ジルコニウム及び錳からなる群より選ばれる一種又は二種以上の含水又は無水の無機酸化物を被覆したことを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末。

【請求項5】 上記Fe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>相の上に、シリコンオイル及び／又はカッピング剤で疎水化処理が行われていることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末。 20

【請求項6】 基体である含水又は無水の酸化チタンに、鉄塩をFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として酸化チタンに対し30～120重量部で被覆し、700～1100℃の酸化性雰囲気中で焼成して基体の表面にFe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>相を形成した後、更に、還元してFe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>相を形成することを特徴とする低磁性黒色顔料粉末の製造方法。

【請求項7】 基体に200m<sup>2</sup>/g以上の比表面積を有する含水の酸化チタンを用いたことを特徴とする請求項6に記載の低磁性黒色顔料粉末の製造方法。 30

【請求項8】 還元剤として水素ガスと炭酸ガスの混合ガスを用い、400～550℃の温度で還元することを特徴とする請求項6又は7に記載の低磁性黒色顔料粉末の製造方法。

【請求項9】 請求項1乃至5のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末を使用したことを特徴とするトナー組成物。 40

【請求項10】 請求項1乃至5のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末を使用したことを特徴とする塗料。

【請求項11】 請求項1乃至5のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末を使用したことを特徴とする樹脂組成物。 40

【請求項12】 請求項1乃至5のいずれかに記載の低磁性黒色顔料粉末を使用したことを特徴とする化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、環境並びに人体に対し安全、無害であり、且つ、磁気凝聚のない低磁性の黒色顔料粉末に関し、さらに詳しくは、電子写真用現像剤であるトナーの着色剤として、或いは塗料をはじめとする樹脂や化粧料等の着色剤として、分散性が良好で、 50

黑色度の高い黒色顔料粉末を提供するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 電子写真における、現像方式にはバインダー樹脂中に着色剤を分散したトナーそのものを用いて現像する一成分系現像方式と、トナーとキャリアとを混合し、キャリアによりトナーを搬送して現像する二成分系現像方式とに大別できる。

【0003】 いずれの場合も複写する際しては、感光体に形成された静電潜像をこれらのトナーで現像し、感光体上の像形成したトナー粉末を紙、シート等の転写材に転写し、熱、圧力等を利用して定着し、永久画像を得るものである。これらのトナーにおいては画像形成材として黒色着色剤であるカーボンブラックやマグネタイトが多量に用いられている。このうち、カーボンブラックは二成分系現像方式や非磁性一成分現像方式において使用され、マグネタイトは磁気によりトナーを搬送する磁性一成分現像方式に使用されている。

【0004】 最近のコンピューターの進歩に伴う、画像形成材料としてのトナーの需要増加に伴い、これらの着色剤の使用量はさらに増加する方向にある。

【0005】 近年、環境汚染や健康被害の問題が大きく取りざたされるようになり、トナーにおいても使用原材料の安全性に関する要求が高まっている。

【0006】 トナーの黒色着色剤として多量に使用されているカーボンブラックには極微量の芳香族炭化水素が含有されており、の中には、3,4ベンツピレンのような発ガン性を指摘されている物質が含有されていることより、カーボンブラックを用いたトナーについて安全性を問題視する風潮が高まっている。

【0007】 一方、マグネタイトは安全、無害な酸化鉄を主成分とする黒色顔料であるが、高い磁性を有するため、粒子同士が再凝聚して、均一な分散体が得難いという問題がある。又、マグネタイトは導電性能を有するため、絶縁性乃至は高抵抗を必要とする上記二成分現像方式や非磁性一成分現像方式のトナーの着色剤としては使用できないものである。

【0008】 カーボンブラックに代わる非磁性の黒色顔料としては特開平3-2276にFe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>とFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-FeTiO<sub>3</sub>固溶体との混合組成を有する多結晶粒子からなる黒色顔料粒子粉末が、そして、特開平8-143316及び特開2000-10344にはMnを含有するヘマタイト構造を有する黒色粒子粉末が記載されている。

【0009】 特開平3-2276記載の黒色顔料はマグネタイトに酸化チタンを被覆するか又はマグネタイトと酸化チタンを混合して非酸化性雰囲気で焼成して得られるFe<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>とFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-FeTiO<sub>3</sub>固溶体との混合組成を有する多結晶粒子からなる黒色顔料粒子粉末に関するものであり、安全、無害な酸化鉄と酸化チタンを主成分とするものであるので、安全性については問題に

(3)

3

なるものではないが、凝集性の強いマグнетタイトを主原料にし、酸化チタンを被覆したマグネットタイトを700℃以上の高温度で焼成を行っているものであるため、ヘマタイトが生成し、色調が赤みになり、黒色度が不足したものであり、さらには粒子間同士の焼結あるいは合一化が生じた粒子しか得られず、均一に単分散させるという点で問題があるものであった。また、特開平8-143315及び特開2000-10344に記載の黒色顔料には環境汚染物質であるMnを多量に含有するものであるので、安全、無害な顔料とは言い難いものである。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】このように、二成分現像方式や非磁性一成分現像方式のトナーの着色剤として多量に使用されているカーボンブラックに代わる環境並びに人体に対し安全、無害で、且つ、分散性の良好な黒色顔料はこれまでになく、その開発が待望されているところである。又、トナーに限らず、塗料をはじめとする樹脂や化粧料等用の着色剤としても使用できるものである。

## 【0011】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】このような状況から、本発明者らは環境並びに人体に対し安全、無害である酸化チタン並びに酸化鉄を主成分とした複合酸化物であって、粒子間同士の焼結あるいは合一化のない分散性の良好な黒色顔料を開発すべく、継続検討を重ねた。酸化チタンと酸化鉄を主成分とした黒色を呈する酸化物の代表としては、 $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  (イルメナイト) 及び $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$  (Iron Titanium Spinel) がある。

【0012】本発明者らは、 $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ に注目し検討を行った結果、酸化チタンを基体とし、その表面に $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  (シュードブルッカイト) を形成させ、それを還元すれば、 $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$  で被覆された酸化チタンが得られることを見いだし本発明を完成させた。この生成物をX線回折で測定した結果、 $\text{TiO}_2$  (ルチル型酸化チタン) をメインピークとし、 $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$  を含む各種チタンと鉄の複合酸化物のピークを有することが確かめられた。

【0013】即ち、本発明の低磁性黒色顔料粉末は、ルチル型 $\text{TiO}_2$ 相を基体とし、該基体が $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ 相で被覆された粒子構造を特徴とする。また、この顔料粉末は、X線回折法においてルチル型 $\text{TiO}_2$ をメインピークとして、 $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ のピークを含む混合相結晶として特定可能である。

【0014】本願にいう「混合相結晶」は、一般に2以上の単結晶が存在する多結晶を意味するが、本発明に開わる黒色顔料粉末においては、酸化チタンを基体としたその表層部へX線回折で特定可能な程度に均一な $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ 相を主成分とした複合酸化物相が形成された状態をいう。少なくともこの点で、固溶体との混合組成や

10

特開2002-129063

4

ヘマタイトを生成した従来の粒子と区別される。

【0015】そして、この黒色顔料粉末はマグネットタイトと同等の黒色度を示し、粒子の焼結あるいは合一化のない粒子で、粒径が0.1~0.4μmで、磁化値が0.5~10.0emu/gとほとんど磁性を有さず、低磁性粉末であり、カーボンブラックの代用品として極めて良好なものであった。

【0016】さらに、本発明の黒色顔料粉末は、そのままでもトナー用着色剤として使用可能であるが、必要に応じ、耐熱性並びに樹脂とのなじみの向上やトナーにおける帶電性や環境安定性改良のため、上記 $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ 相の上に、ケイ素、アルミニウム、チタニウム、ジルコニウム及び錫からなる群より選ばれる一種又は二種以上の含水又は無水の無機酸化物を被覆したり、また、シリコンオイル及び/又はカップリング剤で疎水化処理を行うことが好ましく、また、それら各種の表面改質処理を任意に組み合わせてもよい。

【0017】本発明の黒色顔料粉末を構成する黒色複合酸化物は、次のようにして得ることができる。即ち、本発明の製造方法は、含水又は無水の酸化チタンを基体とし、鉄塩を添加して $\text{Fe}_2\text{O}_3$ として30~120重量部で被覆した後、更に、700~1100℃の酸化性雰囲気中で焼成して酸化チタン表面に均一な $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ 相を形成させて、次いで、その複合酸化物を還元して、表面に被覆した $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ 相を還元して $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ に置換させることを特徴とする。

【0018】本発明の製法において、上記黒色複合酸化物を得るためにには、酸化チタン表面にまず均一な $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ 相を形成することが重要であり、このためには酸化チタンの原料として反応性の良好なものを用いること、並びに、その表面に水溶性鉄化合物を加水分解して得られる水酸化鉄あるいは酸化鉄を均一に被覆することが必要である。

【0019】本発明において用いることができる酸化チタンとしては比表面積が $20\text{m}^2/\text{g}$ 以上のものが好ましく、特に含水の水酸化チタンは比表面積が $20\text{m}^2/\text{g}$ と高く、反応性に富むという点から特に好ましい。なお、硫酸法により得られる含水・酸化チタンを原料に用いる場合には、含水・酸化チタンに含有する硫酸分が影響し、焼成時ヘマタイトが生成するので、予め、洗浄により硫酸分を除去することが必要である。

【0020】 $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ を被膜するために使用する水溶性鉄塩としては、塩化第一鉄、塩化第二鉄、硫酸第一鉄、硫酸第二鉄、硝酸第一鉄、硝酸第二鉄等を使用することができ、又、加水分解の方法としては中和して析出する方法と酸化して析出する方法があり、いずれでも構わないが、中和して析出させる方法の方が均一な皮膜が得られ、反応性も良好であるので好ましい。水酸化鉄あるいは酸化鉄の被覆量は酸化チタンに対し30~120重量部以下の場合には目的とす

30

40

50

( 4 )

5

る黒色酸化物が得られず、又、120重量部以上の場合還元が進みにくくなり、黒色度の高いものを得るためにには、時間がかかるので好ましくない。

【0021】そして、基体の酸化チタン表面に、水酸化鉄あるいは酸化鉄を被覆した後、焼成して  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  相を形成させるが、そのときの焼成温度は700～1100℃、好ましくは800～1000℃が適切である。700℃より低い場合は  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  相の反応が完結せず、ヘマタイトが残存することになり、還元して得られる黒色複合酸化物の磁化値が高くなり、また、安定性が悪くなるので好ましくない。1100℃以上の温度で焼成した場合は本発明の黒色複合酸化物を得ることはできるが、一次粒径が0.4μmより大きくなり、分散性が悪くなるので、トナー用着色剤としては不適になり好ましくない。

【0022】つぎに、上記焼成で得られた  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  相を還元する。 $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  相が均一に被覆された酸化チタンを還元する場合、水素ガス、炭酸ガス、一酸化炭素ガス、アンモニアガス、アミンガス等の還元性ガスやカーボンを含む固体還元剤を使用することができるが、カーボンを含む固体還元剤を使用する場合にはカーボンブラックが残存しないようにすることが好ましい。本発明においては、水素ガスと炭酸ガスを併用して還元する事が、還元時に生成する  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  が安定して得られるので特に好ましい。還元は、250～700℃で行うことができるが、使用する還元剤により最適温度で行うことが必要である。水素ガスと炭酸ガスを併用して還元する場合には、400～550℃が最適である。400℃より低い場合は還元が進まず  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  の生成が不十分になり、黒色度が低下するので好ましくない。また、550℃より高くすると、還元時に粒子の焼結が起り分散性が悪くなるので好ましくない。

【0023】本発明の製法において、必要により、アルミニウム、ケイ素、リン及びジルコニウム塩等の周知の焼結防止剤を使用すると、さらに分散性の優れた黒色複合酸化物を得ることができる。その添加量は得られる黒色酸化物に対し、0.5～1.0重量%が適当である。焼結防止剤の量が0.5重量%以下の場合は焼結防止効果が弱く、又、1.0重量%以上の場合は還元が進みにくくなり好ましくない。

【0024】また、本発明の製法においても、上記  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  相上の表面をケイ素、アルミニウム、チタニウム、ジルコニウム及び錫等の含水・無機酸化物あるいは無水・無機酸化物の一種又は二種以上を被覆処理したり、疎水化剤であるシリコンオイル、シランカップリング剤、チタンカップリング剤等の一種又は二種以上を被覆処理することが好ましく、これら各種の表面改質処理を任意に組み合わせることができる。

【0025】上記ケイ素、アルミニウム、チタニウム、ジルコニウム及び錫等の含水又は無水の無機酸化物を被

特開2002-129063

6

覆処理する場合は、公知の方法で行えば良い。即ち、得られた黒色複合酸化物を水でスラリー化し、水スラリーをペブルミル、サンドグラインダーミル、アトライター等を使用して湿式粉碎を行った後、ケイ素、アルミニウム、チタニウム、ジルコニウム等の水溶性塩を一種以上添加し、アルカリ又は酸を用いて中和して、含水又は無の水酸化物を析出して処理を行えばよい。又、疎水化剤を用いて疎水化処理する場合も公知の湿式法あるいは乾式法で処理すればよい。疎水化剤としては、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルシロキサン、H変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等のシリコンオイルやシランカップリング剤、チタンカップリング剤等のカップリング剤を用いることができ、これらを併用しても構わない。

【0026】本発明の低磁性黒色顔料粉末は、塗料、樹脂組成物及び化粧料における黒色顔料としても有効なものである。塗料用としては、一般塗料着色剤として使用できるだけでなく、耐熱性塗料用の着色剤としても使用できる。

【0027】また、樹脂組成物としては塩化ビニル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂等の汎用樹脂の着色剤だけでなく、不飽和ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂等の熱硬化性樹脂の着色剤としても使用できる。

【0028】また、化粧料用途においては、ファンデーション、アイシャドー、眉すみ等の黒色顔料として使用できる。

【0029】

【実施例】以下に実施例及び比較例を示して本発明を説明するが、これは本発明を何ら限定するものではない。

【0030】なお、以下の実施例及び比較例における粒径は電子顕微鏡写真から求めた平均径であり、磁化値は粉末を東京工業製VSMにより5kOeの磁場において測定した。また、黒色度(L値)は粉末をプレスして、スガ試験機株式会社製カラーテスターSC-2-CHにより測定した。光沢度については、得られた粉末を粉碎して、フーバーマーダーによりスチレン化アルキッド樹脂5gと粉碎品0.5gを混練して塗料化し、アート紙に6ミルのドクターブレードにより塗布し、110℃で10分焼き付けを行った後、村上色彩研究所製グロスマーターにより20°～20°の光沢度を測定した。

【0031】

【実施例1】硫酸法により得られた比表面積260m<sup>2</sup>/gの含水酸化チタンスラリーを酸化チタンとして150g/リットルに調整し、400g/リットルの苛性ソーダを用いてpHを9に中和する。2時間攪拌後、200g/リットルの塩酸によりpHを6に調整してろ過洗浄を行った。洗浄を行った含水酸化チタンをリバブルブレーカーに  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  として100g/リットルに調整後、そのスラリーに  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  として100g/リットルの塩化第二鉄

50

( 5 )

特開2002-129063

7

溶液を用い酸化チタン1重量部に対し1重量部添加した後、200g/リットルの苛性ソーダ溶液を滴下して、該スラリーのpHを7に調整して含水・酸化チタン表面に水酸化鉄を被覆した。

【0032】1時間攪拌した後、ろ過、洗浄を行い、100℃で乾燥した。乾燥物を磁製ルツボに入れ、電気炉にて900℃で1時間焼成を行いFe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>相を有する酸化チタンを合成した。冷却後、得られたFe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>相を有する酸化チタンを水素ガスと炭酸ガスの混合ガスにより500℃で5時間還元を行って、黒色粉末を得た。

【0033】図1は、得られた生成物のX線回折図である。図中のピークAはルルチル型酸化チタン、ピークBはFe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>、ピークCはFe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>を示している。X線回折にルルチル型TiO<sub>2</sub>をメインピークとし、Fe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>のピークが含まれていた。即ち、X線回折図から、上記生成物はTiO<sub>2</sub>（ルルチル型酸化チタン）とFe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>相を主成分とする複合酸化物を構成された混合相結晶であることが判った。なお、図2は、得られた黒色複合酸化物の電子顕微鏡写真（×30,000）である。

【0034】

【実施例2～5、比較例1～3】実施例1における含水・酸化チタン表面に被覆する水酸化鉄の量、焼成温度及び還元温度を表1に示すように変えて複合酸化物を合成した。得られた生成物の特性を表1に示す。

【0035】

【表1】

8

	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加量 wt%	焼成温度 ℃	焼成時間 hr.	比表面積 m <sup>2</sup> /g	粒径 μm	黒色度 emu/g	L値	光沢度 %	色	
実施例 1	100	500	5	6.7	0.22	6.5	9.1	46.9	灰色	
実施例 2	100	1,050	500	6	4.2	0.38	2.6	8.7	55.2	黑色
比較例 3	100	750	500	5	6.6	0.18	6.8	9.7	43.3	黑色
実施例 4	100	800	400	5	7.1	0.20	7.1	10.2	45.5	黑色
実施例 5	100	900	500	5	6.5	0.20	4.9	12.2	49.1	黑色
比較例 1	65	900	350	5	7.4	0.17	0.9	27.5	59.2	灰色
比較例 2	20	900	500	5	7.1	0.21	1.4	30.2	55.2	灰色
比較例 3	200	900	500	6	6.3	0.23	1.3	15.7	67.3	暗褐色
参考例	—	—	—	—	7.5	0.20	82.2	9.4	29.3	黑色

40 【0036】

【参考例】トナー用のマグネタイトを参考例として表1に含めた。すなわち、マグネタイトを用いない顔料でありながらマグネタイトに匹敵する顔料特性が得られた点を評価するため、トナー用として多用されているマグネタイトについて、同様にして黒色度及び塗膜の光沢度を測定した。

【0037】表1の結果から明らかのように、本発明の黒色複合酸化物は参考例として示したトナー用マグネタイトと比較しても、比表面積、粒径及び黒色度はほぼ同等であった。また、塗膜の光沢度はトナー用マグネタイ

50

(6)

特開2002-129063

10

9

トより著しく良好であることから、磁気凝聚がほとんどなく、分散性が良好であると考えられる。

## 【0038】

【実施例6】実施例1で得られた黒色粉末を純水にリバールブレサンドミルにて湿式粉碎を行った後、70℃に加熱し、良く攪拌しながら、黒色酸化物に対しA1;O<sub>2</sub>として2.5重量%の硫酸アルミニウム溶液を添加した。続いて、水酸化ナトリウム溶液を添加して、pHを7.5に調整し水酸化アルミニウムの被覆を行った。1時間熟成後、ろ過、洗浄、乾燥、粉碎を行って、A1;O<sub>2</sub>被覆黒色酸化物を得た。

【0039】得られた黒色酸化物を用いた塗膜の20°-20°の光沢度を測定したところ、51.9%で分散性が改良されていた。

## 【0040】

【実施例7】実施例6において、水酸化アルミニウムを被覆後、ヘキシリトリメトキシシランを黒色酸化物に対して5重量%の添加して、水中で加水分解を行ってシラ

ンカップリング剤の処理を行い、ろ過、洗浄、乾燥、粉碎を行ってシランカップリング剤被覆黒色酸化物を得た。

【0041】得られた黒色酸化物を用いた塗膜の20°-20°の光沢度を測定したところ、53.7%であり、さらに分散性が改良されていた。

## 【0042】

【発明の効果】本発明の黒色複合酸化物は安全、無害の黒色顔料で、低磁性であるので、磁気凝聚がほとんどなく、分散が良好であるので、静電現象用トナー、塗料、樹脂、化粧料等の着色剤として適している。

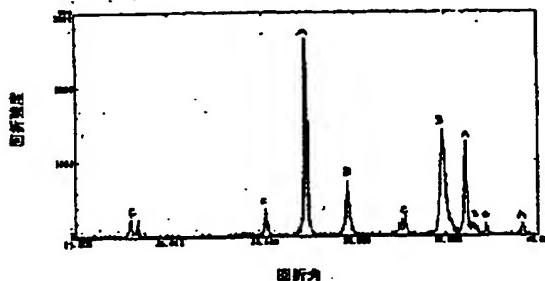
## 【0043】

## 【図面の簡単な説明】

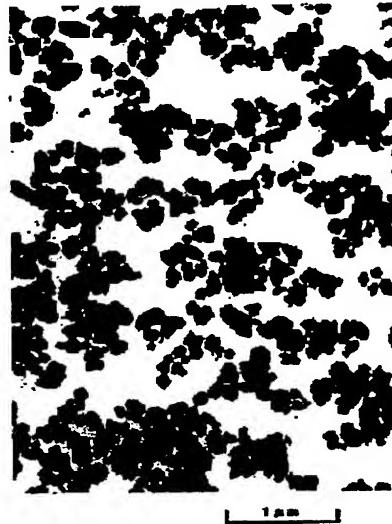
【図1】本発明により得られた黒色複合酸化物のX線回折図である。

【図2】本発明により得られた黒色複合酸化物の電子顕微鏡写真である。

【図1】



【図2】



## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

C08K 9/02  
C08L 101/00  
C09C 3/06  
C09D 7/12  
201/00

統別記号

F I  
C08K 9/02  
C08L 101/00  
C09C 3/06  
C09D 7/12  
201/00

テーマード(参考)

4J037  
4J038

( 7 )

特開2002-129063

G 0 3 G 9/083  
9/09

G 0 3 G 9/08

3 0 1  
3 6 1(72)発明者 辻野 清治  
山口県宇部市大字小串1978番地の25 チタ  
ン工業株式会社内F ターム(参考) 2H005 AA02 AB02 CA12 CA21 CA26  
CB02 CB07 CB13 EA02 EA05  
EA10  
4C083 AB241 BB23 CC01  
4G002 AA06 AB05 AE01  
4G047 CA05 CA08 CB08 CC01 CC03  
CD03  
4J002 BB031 BB121 BD031 CD001  
CF211 CK021 DE136 FB076  
GH00  
4J037 AA22 CA03 CA09 CB23 CC28  
EE03 EE04 EE19 EE25 EE47  
4J038 EA011 HA216 KA08 KA15

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**